



(10) **DE 102 45 947 A1** 2004.04.08

(12)

## Offenlegungsschrift

(21) Aktenzeichen: 102 45 947.9 (22) Anmeldetag: 30.09.2002 (43) Offenlegungstag: 08.04.2004 (51) Int Cl.7: G01N 33/00 G01N 1/22, G01N 27/12

(71) Anmelder:

EADS Deutschland GmbH, 85521 Ottobrunn, DE

(72) Erfinder:

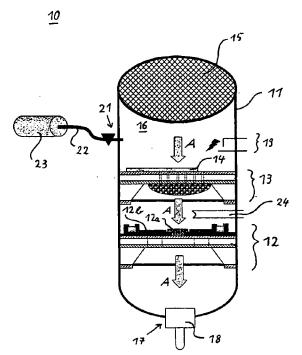
Becker, Thomas, Dr., 85521 Ottobrunn, DE; Friedberger, Alois, Dr., 85625 Glonn, DE; Müller, Gerhard, Dr.rer.nat., 85567 Grafing, DE

Prüfungsantrag gemäß § 44 PatG ist gestellt.

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

### (54) Bezeichnung: Mikrogasanalysesystem mit beheizbarem Filter und Verfahren zur Gasanalyse

(57) Zusammenfassung: Ein Mikrogasanalysesystem (10) mit einem beheizbaren Filter (13) hat einen Gassensor (12) zur Detektion eines Gases oder Gasgemisches, wobei der Filter (13) dem Gassensor (12) in Strömungsrichtung vorgeschaltet ist und von diesem räumlich getrennt angeordnet ist. Ein erstes Heizelement (14) dient zur Heizung des Filters und ein zweites Heizelement zur Heizung des Gassensors, wobei eine Steuereinrichtung an das erste und an das zweite Heizelement gekoppelt ist, um sowohl die Temperatur des Filters (13) als auch die Temperatur des Gassensors (12) unabhängig voneinander zu modulieren. Eine Mikropumpe (18) dient zum periodischen Antrieb einer Gasströmung und ein Flusssensor (24) zur Messung der Strömungsgeschwindigkeit des Gases. Bei der Messung werden die Arbeitstemperaturen des Filters (13) und des Gassensors (12) unabhängig voneinander moduliert und die Auswertung erfolgt über einen Lock-in-Verstärker.



#### Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft ein Mikrogasanalysesystem mit einem beheizbaren Filter gemäß dem Oberbegriff von Patentanspruch 1 und ein Verfahren zur Gasanalyse gemäß dem Oberbegriff von Patentanspruch B.

[0002] Gassensoren in mikromechanischer Bauweise werden zunehmend zur Detektion von Gasen und zur Bestimmung von Gaskonzentrationen in Gasgemischen eingesetzt. Beispielsweise können Gasanalysesysteme zur Umweltüberwachung dienen, um Schadstoffe in der Luft festzustellen bzw. um die Luftqualität laufend zu überwachen. Ein weiteres Anwendungsgebiet sind Rauchgasmelder, die z.B im Transportwesen und insbesondere in Flugzeugen von besonderer Wichtigkeit sind. So können z.B. im Cargobereich von Flugzeugen Brandmelder bzw. Rauchgasmelder auf der Basis mikromechanischer Gassensoren eingesetzt werden. Aber auch im Passagierbereich sind Gassensoren von erheblicher Bedeutung um das Eindringen von störenden oder gar gesundheitsschädlichen Gasen in den Passagierraum zu erkennen und verhindern zu können.

[0003] Als Gassensoren werden beispielsweise halbleitende Metalloxide eingesetzt, bei denen die elektrische Leitfähigkeit eines Halbleiters eine Funktion des Partialdrucks des zu messenden Gases ist. Halbleitende Metalloxid-Gassensoren sind somit in der Lage, in Gegenwart von reduzierend oder oxidierend wirkenden Gasen ihre Leitfähigkeit zu ändern. Dabei treten die Gasmoleküle in Wechselwirkung mit einer gassensitiven Schicht an der Sensoroberfläche.

[0004] Bei derartigen Halbleiter-Gassensoren besteht jedoch das allgemeine Problem, dass die Sensitivität nicht auf einzelne Gase beschränkt ist und daher insbesondere in Gasgemischen die Konzentrationen einzelner Bestandteile nur schwer bestimmbar sind. Es tritt eine Querempfindlichkeit der Sensoren auf, da mehrere Gaskomponenten in Wechselwirkung mit der Sensoroberfläche treten und jeweils die elektrische Leitfähigkeit der gassensitiven Schicht beeinflussen.

[0005] Ein weiteres Problem von Halbleiter-Gassensoren bzw. Metalloxid-Gassensoren ist deren Widerstandsdrift, die zu einer geringen Langzeitstabilität des Sensorsignals führt. Auch dieser Effekt bewirkt eine erhebliche Einschränkung der Messgenauigkeit.

[0006] Die Druckschrift WO 96/37771 zeigt eine Sensoranordnung zum Nachweis eines Gases, bei der ein Katalysatorfilter, der durch eine Wärmequelle aufheizbar ist, einem Gassensor vorgeschaltet ist. Der Katalysatorfilter und der Gassensor sind in einem Gehäuse angeordnet, das im Betrieb vom zu messenden Gas durchströmt wird. Der Katalysatorfilter hat die Aufgabe, störende Gaskomponenten durch Oxidation oder Reduktion in nichtstörende Gaskomponenten umzuwandeln um dadurch die Queremponenten

findlichkeit zu verringern und die Messgenauigkeit der Sensoranordnung zu erhöhen. Zu diesem Zweck wird der Katalysatorfilter auf eine vorbestimmte Arbeitstemperatur gebracht.

[0007] Um die Sensitivität eines Gassensors zu verbessern und eine hohe Langzeitstabilität zu bewirken zeigt die Druckschrift DE 197 08 770 C1 einen Gassensor, bei dem eine Deckplatte die gassensitive Schicht überdeckt und von dieser beabstandet ist. Ein poröses Katalysatorelement ist der gassensitiven Schicht vorgeschaltet bzw. in Form einer porösen Katalysatorschicht auf der Deckplatte aufgebracht. Durch eine Heizungsstruktur wird die Vorrichtung erhitzt, so dass Deckplatte bzw. der Katalysator die gleiche Temperatur aufweist wie die gassensitive Schicht der Gassensorvorrichtung.

[0008] Die Druckschrift EP 0 798 554 A2 zeigt einen Sensor mit einem beheizbaren Sensorelement, wobei ein Filterelement das Sensorelement überdeckt um es gegen Beschädigungen und Kontamination während der Herstellung zu schützen und um die Sensitivität und Selektivität des Sensorelements zu erhöhen.

[0009] Es ist die Aufgabe der vorliegenden Erfindung, ein Mikrogasanalysesystem bzw. eine Gassensorvorrichtung mit verbesserter Selektivität zu schaffen, so dass eine erhöhte Messgenauigkeit erreicht werden kann. Weiterhin soll ein Verfahren zur Gasanalyse bzw. Gasdetektion angegeben werden, bei dem Gaskomponenten mit erhöhter Selektivität und verbesserter Genauigkeit bestimmbar sind.

[0010] Diese Aufgabe wird gelöst durch das Mikrogasanalysesystem gemäß Patentanspruch 1 und durch das Verfahren zur Gasanalyse gemäß Patentanspruch B. Weitere Merkmale, Aspekte und Details der Erfindung ergeben sich aus den abhängigen Ansprüchen, der Beschreibung und den Zeichnungen. Vorteile und Merkmale, die im Zusammenhang mit der Vorrichtung bzw. dem System beschrieben sind, gelten auch für das erfindungsgemäße Verfahren und umgekehrt.

[0011] Das erfindungsgemäße Mikrogasanalysesystem umfasst einen Gassensor zur Detektion eines Gases oder Gasgemisches, einen Filter, der dem Gassensor in Strömungsrichtung vorgeschaltet und von diesem räumlich getrennt angeordnet ist, sowie ein erstes Heizelement zum Heizen des Filters, wobei ein zweites Heizelement zur Heizung des Gassensors vorgesehen ist, sowie eine Steuereinrichtung, die an das erste und an das zweite Heizelement gekoppelt ist, zur unabhängigen Temperaturmodulation sowohl des Filters als auch des Gassensors.

[0012] Durch die unabhängige Temperaturmodulation sowohl des Filters als auch des Gassensors kann bei der Gasanalyse eine erhebliche Selektivitätssteigerung erreicht werden. Bei dem erfindungsgemäßen System können je nach dem zu messenden Gas verschiedenartige, voneinander unabhängige Temperaturmodulationen des Filters und des Gassensors durchgeführt werden, so dass bei der Analyse der

Sensorsignale in Abhängigkeit von den Temperaturmodulationen einzelne Gaskomponenten durch geeignete Auswerteverfahren mit erhöhter Selektivität bestimmbar sind.

[0013] Vorteilhafterweise umfasst das Mikrogasanalysesystem eine Pumpe zum Antrieb einer Gasströmung und einen Flusssensor zur Messung der Strömungsgeschwindigkeit des Gases. Durch die mögliche periodische Luftansaugung mittels einer Pumpe und die Messung der Luftgeschwindigkeit bzw. Gasgeschwindigkeit mit einem Flusssensor kann mit einem Lock-in-Verfahren zusätzlich noch eine Driftkompensation erreicht werden.

[0014] Bevorzugt hat das Mikrogasanalysesystem einen Ozongenerator, der dem Filter in Strömungsrichtung vorgeschaltet ist. Durch den Ozongenerator wird eine Selbsttestfähigkeit erreicht. Der Selbsttest kann beispielsweise durch das Zusammenwirken zwischen Temperaturmodulation des Filters und vorhandenem Ozon durchgeführt werden. Ist z.B. der Filter beheizt, wird Ozon in Sauerstoff umgewandelt, der keine Sensorreaktion verursacht, während bei einer relativ geringen Filtertemperatur bzw. ausgeschalteter Filterheizung der Gassensor das Ozon detektiert. D.h., der Ozongenerator verleiht dem System Selbsttestfähigkeit, da die Reaktion des Sensors auf O<sub>3</sub> überprüft werden kann.

[0015] Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform umfasst das erfindungsgemäße Mikrogasanalysesystem ein Gehäuse mit einer Einlassöffnung und einer Auslassöffnung, wobei der Filter und der Gassensor derart in dem Gehäuse angeordnet sind, dass das zu analysierende Gas zunächst den Filter durchströmt und anschließend den Gassensor erreicht bzw. an diesem vorbeiströmt. Durch diese Maßnahme kann die Messgenauigkeit noch weiter erhöht werden.

[0016] Bevorzugt weist das Mikrogasanalysesystem eine an die Pumpe gekoppelte Steuereinrichtung auf, die zum periodischen Antrieb der Gasströmung dient, sowie einen Lock-in-Verstärker, der zur Auswertung des Sensorsignals an die Pumpfrequenz gekoppelt ist. Dadurch wird die zu analysierende Luft bzw. das zu analysierende Gas nicht kontinuierlich, sondern periodisch angesaugt. Über den Lock-in-Verstärker wird nur der Anteil, der der Pumpfrequenz entspricht, ausgewertet, wodurch eine Langzeitdrift des Sensors keinen Einfluss mehr auf das Restsignal hat.

[0017] Vorteilhafterweise ist der Filter periodisch beheizbar bzw. wird im Betrieb periodisch beheizt. Durch diese Art der unabhängigen Temperaturmodulation des Filters kann insbesondere bei einer Auswertung des Sensorsignals über einen Lock-in-Verstärker der jeweils einer bestimmten Filtertemperatur entsprechende Signalanteil ausgewertet werden bzw. es können verschiedene Signalanteile bei unterschiedlichen Filtertemperaturen miteinander verglichen werden.

[0018] Bevorzugt hat das erfindungsgemäße Mikro-

gasanalysesystem eine Einrichtung zur Zugabe eines bekannten Gases bekannter Konzentration, die an das Mikrogasanalysesystem angeschlossen ist. Dadurch ist es möglich, beispielsweise Kohlenwasserstoffe bekannter Konzentration aus einem Reservoir gelegentlich zuzugeben, wodurch eine Eichung ermöglicht wird. Dadurch kann eine Langzeitdrift des Sensors besser kompensiert werden. Weiterhin lässt sich eine Vergiftung des Sensors und des gesamten Mikrogasanalysesystems, die z.B. durch eine Oberflächenbelegung mit NO<sub>2</sub> erfolgen kann, rückgängig machen.

[0019] Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren zur Gasanalyse wird ein zu analysierendes Gas einem Filter zugeführt, so dass es diesen durchströmt, und anschließend mit einem Gassensor detektiert, wobei die Arbeitstemperaturen sowohl des Filters als auch des Gassensors unabhängig voneinander moduliert werden. Durch dieses Verfahren zur Gasanalyse wird die Selektivität gesteigert, wobei je nach Anwendungsfall verschiedenartige Auswerteverfahren in Abhängigkeit sowohl von der Filtertemperatur als auch von der Gassensor-Temperatur durchgeführt werden. D.h., dass durch die unabhängige Temperaturmodulation sowohl des Filters als auch des Gassensors sehr flexible Auswerteverfahren der Sensorsignale erfolgen können um dadurch je nach Einsatzgebiet die Selektivität spürbar zu verbessern.

[0020] Vorteilhafterweise wird bei dem Verfahren mittels einer Pumpe eine periodische Gasströmung erzeugt und die Geschwindigkeit der Gasströmung gemessen. Bevorzugt werden dabei die Signalanteile entsprechend der Pumpfrequenz ausgewertet. Durch dieses Verfahren, bei dem insbesondere ein Lock-in-Verstärker zur Auswertung verwendet wird, kann zusätzlich noch eine Driftkompensation erzielt werden. D.h., es ergibt sich eine erhöhte Langzeitstabilität und somit eine Erhöhung und Verbesserung der Messgenauigkeit.

[0021] Bevorzugt wird bei dem erfindungsgemäßen Verfahren zumindest zeitweise Ozon erzeugt und/oder zugeführt, beispielsweise an einer Stelle, die in Strömungsrichtung vor dem Filter liegt. Bei der Auswertung wird dann ein Sensorsignal bei einer Temperatur des Filters, bei der Ozon in Sauerstoff umgewandelt wird, verglichen mit einem Sensorsignal bei einer Temperatur des Filters, bei der keine Umwandlung von Ozon in Sauerstoff stattfindet. Dadurch kann von Zeit zu Zeit ein Selbsttest des Sensors bzw. der gesamten Vorrichtung durchgeführt werden.

[0022] In einer bevorzugten Ausgestaltung des Verfahrens wird der Filter periodisch beheizt und das Sensorsignal wird über einen Lock-in-Verstärker ausgewertet. Durch diese Maßnahme kann auf besonders wirksame Art und Weise eine Driftkompensation erreicht werden.

[0023] Vorteilhafterweise werden bei dem erfindungsgemäßen Verfahren zumindest zeitweise Kohlenwasserstoffe bekannter Konzentration dem zu

analysierenden Gas zugegeben. Dadurch wird eine Eichung möglich und es kann eine Langzeitdrift des Sensors kompensiert werden. Auch Oberflächenbelegungen mit NO<sub>2</sub> können auf diese Weise rückgängig gemacht werden.

[0024] Nachfolgend wird die Erfindung beispielhaft anhand der Zeichnungen beschrieben, wobei

[0025] **Fig.** 1 schematisch ein Mikrogasanalysesystem gemäß einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung in einer Schnittansicht zeigt;

[0026] **Fig.** 2a eine schematische Draufsicht auf ein beheizbares Filterelement zeigt;

[0027] **Fig.** 2b eine schematische Schnittansicht des Filterelements gemäß **Fig.** 2a zeigt;

[0028] Fig. 3 eine schematische Draufsicht auf einen Gassensor des erfindungsgemäßen Mikrogasanalysesystems mit drei Sensorelementen zeigt; und [0029] Fig. 4 ein Gassensorelement des Gassensors schematisch in einer Draufsicht zeigt.

[0030] Fig. 1 zeigt in schematischer Darstellung eine Schnittansicht eines Mikrogasanalysesystems 10, das eine erfindungsgemäße Vorrichtung zur Gasdetektion bzw.

[0031] Gasanalyse ist. Das Mikrogasanalysesystem 10 hat in der hier gezeigten bevorzugten Ausführungsform ein zylinderförmiges Gehäuse 11, in dem ein Gassensor 12 angeordnet ist. Im Betrieb wird das Mikrogasanalysesystem von dem zu analysierenden Gas in Richtung der Pfeile A durchströmt. Ein Filter 13 ist dem Gassensor 12 vorgeschaltet und mit einem Heizelement 14 versehen. Der Filter 13 mit dem damit in direktem Kontakt stehenden Heizelement 14 ist vom Gassensor 12 beabstandet angeordnet, wobei der Gassensor 12 ebenfalls beheizbar bzw. mit einem separaten Heizelement versehen ist.

[0032] Die erfindungsgemäße Messvorrichtung in Form des Mikrogasanalysesystems 10 hat an ihrem einen Ende eine Einlassöffnung 15, durch die im Betrieb das zu messende Gas in den Innenraum 16 des Gehäuses 11 eintritt und dieses in der Strömungsrichtung A durchströmt. Die Einlassöffnung 15 ist in der hier gezeigten Ausführungsform mit einem Gitter versehen, das dazu dient, die im Innenraum 16 des Mikrogasanalysesystems 10 befindlichen Funktionselemente gegenüber Beschädigungen und mechanischen Einwirkungen zu schützen.

[0033] An dem der Einlassöffnung 15 gegenüberliegenden Ende des Gehäuses 11 befindet sich eine Auslassöffnung 17, in der in dem vorliegenden Ausführungsbeispiel eine Mikropumpe 18 angeordnet ist. Die Mikropumpe 18 dient zum kontrollierten Antrieb der Gasströmung durch das Mikrogasanalysesystem 10 während des Messbetriebs. Dabei durchströmt das zu analysierende Gas zunächst den Filter 13 und anschließend den Gassensor 12.

[0034] In einer weiteren Ausgestaltung, die hier nicht dargestellt ist, ist es auch möglich, auf die Pumpe bzw. Mikropumpe 18 zu verzichten und den Antrieb des Gases durch das Gehäuse 11 mittels einer Kaminwirkung bzw. durch Konvexion zu bewirken. In

diesem Fall wäre die Vorrichtung 10 so im Raum auszurichten, dass die Einlassöffnung 15 unten und die Auslassöffnung 17 oben liegt. Weiterhin ist es auch möglich, durch geeignete Orientierung der Vorrichtung im Raum den Antrieb der Gasströmung mittels der Mikropumpe 18 mit der Kaminwirkung bzw. dem Antrieb des Gases durch Konvexion zu kombinieren. [0035] Das Heizelement 14 des Filters 13 und das Heizelement des Gassensors 12 sind elektrisch an eine in Fig. 1 nicht dargestellte Steuereinrichtung gekoppelt, die dazu dient, sowohl die Temperatur des Filters 13 als auch die Temperatur des Gassensors 12 unabhängig voneinander zu modulieren. Je nach dem zu analysierenden Gas wird der Temperaturverlauf des Filters 13 und, davon getrennt, der Temperaturverlauf des Gassensors 12 eingestellt bzw. moduliert und es werden ausgewählte Signalanteile entsprechend den Temperaturverläufen ausgewertet. Je nach Temperatur des Filters 13 erfolgt dort bereits eine Umwandlung von: Gasanteilen, bevor das Gas zum Gassensor 12 gelangt. Durch vorher durchgeführte Vergleichsmessungen und Eichungen können zu verschiedenartigsten Temperaturmodulationen des Filters 13 und des Gassensors 12 die zugehörigen Signale des Gassensors 12 analysiert und entsprechende Gasanteile mit hoher Genauigkeit festgestellt werden.

[0036] Zwischen der Einlassöffnung 15 und dem Filter 13 befindet sich ein Ozongenerator 19, der an eine nicht dargestellte Spannungsquelle angeschlossen ist. Mit dem Ozongenerator 19 kann das System einen Selbsttest durchführen, wobei die Reaktion des Gassensors 12 auf O<sub>3</sub> überprüft wird. Bei dem Selbsttest wird zunächst das Signal des Gassensors 12 bei Erzeugung bzw. bei Zugabe von Ozon betrachtet, wobei der Filter 13 zunächst ausgeschaltet bzw. unbeheizt ist. In diesem Fall verursacht das Ozon, das an den Gassensor 12 gelangt, eine Sensorreaktion, die sich in einem entsprechenden Sensorsignal zeigt. Anschließend wird der Filter 13 beheizt und bewirkt somit eine Umwandlung des Ozons in Sauerstoff, der keine Sensorreaktion verursacht. Durch Vergleich der Sensorsignale kann der ordnungsgemäße Zustand des Systems und seine Funktionstüchtigkeit überprüft werden.

[0037] Das Mikrogasanalysesystem 10 hat weiterhin einen Anschluss 21 mit einem steuerbaren Ventil, durch das ein bekanntes Gas, beispielsweise Kohlenwasserstoffe bekannter Konzentration, gelegentlich dem zu analysierenden Gasfluss zugegeben werden kann. Der Anschluss 21 am Gehäuse 11 befindet sich zwischen der Einlassöffnung 15 und dem Filter 13, so dass der Kohlenwasserstoff dem Gasfluss zugegeben wird, bevor dieser den Filter 13 erreicht. Eine Leitung 22 verbindet das Gehäuse 11 mit einem separaten Behälter 23, der ein Reservoir an HC zur gelegentlichen Zugabe bereitstellt.

[0038] Während des Messverfahrens gestattet die gelegentliche Zugabe von Kohlenwasserstoffen bekannter Konzentration aus dem Reservoir bzw. Behälter 23 eine Eichung des Mikrogasanalysesystems 10. Auf diese Weise kann eine Langzeitdrift des Gassensors 12 kompensiert werden. Außerdem lässt sich eine Vergiftung des Gassensors 12 sowie des gesamten Mikrogasanalysesystems 10, die durch eine Oberflächenbelegung mit NO<sub>2</sub> verursacht wird, durch die gelegentliche Zugabe von Kohlenwasserstoffen oder ähnlich wirkenden Stoffen rückgängig machen.

[0039] Im Innenraum 16 des in Fig. 1 gezeigten Mikrogasanalysesystems 10 ist weiterhin ein Flusssensor 24 angeordnet, mit dem im Betrieb die Strömungsgeschwindigkeit des zu analysierenden Gases bzw. die Geschwindigkeit der Luft, die die Messeinrichtung durchströmt, gemessen wird. Das Signal des Flusssensors 24 wird bei einer speziellen Ausgestaltung des Auswerteverfahrens zur Gasanalyse herangezogen, um durch ein Lock-in-Verfahren eine Driftkompensation zu bewirken. Dabei wird das zu analysierende Gas oder die zu analysierende Luft mittels der Pumpe 18 nicht kontinuierlich sondern periodisch angesaugt. Über den Lock-in-Verstärker wird nur der Signalanteil, der der Pumpfrequenz entspricht, ausgewertet. Dadurch kann erreicht werden, dass eine Langzeitdrift des Sensors keinen Einfluss mehr auf das Restsignal hat. Um das Messsignal weiter zu verbessern wird die Luft- bzw. Gasgeschwindigkeit, die mit dem Flusssensor 24 gemessen wird, in das Auswerteverfahren einbezogen.

[0040] Der Gassensor 12 im Innenraum 16 des Mikrogasanalysesystems 10 ist ein Halbleiter-Gassensor, der schichtartig aufgebaut ist und eine brückenförmige Gestalt aufweist. Der Gassensor 12 kann dabei ein einzelnes Sensorelement oder auch ein Sensorarray mit verschiedenen Sensorelementen umfassen, die beispielsweise unterschiedliche Empfindlichkeiten für verschiedenartige Gase haben. Der Gassensor 12 ist in SOI-Technologie (Silicon On Insulator) gefertigt. Er hat eine sensitive Schicht 12a, die über Elektroden 12b kontaktiert wird um deren elektrischen Widerstand beim Kontakt mit dem zu analysierenden Gas zu messen. Der Sensor kann in Dünnschicht- oder Dickschichttechnologie gefertigt sein oder durch MOS-Kapazitäten realisiert sein.

[0041] In den Fig. 2a und 2b ist als Beispiel ein Filterelement gezeigt, das als Filter 13 im Mikrogasanalysesystem 10 eingesetzt ist. Der mikromechanische Filter besteht aus einem SOI-Wafer, der brückenartig gestaltet ist. Zwischen einer oberen Schicht 31 und einer mittleren Schicht 32 aus SiO<sub>2</sub> ist eine obere Si-Schicht 33 angeordnet. Unterhalb der mittleren SiO<sub>2</sub>-Schicht 32 befinden sich Reste einer unteren Si-Schicht 34, deren innenliegende Kanten 34a abgeschrägt sind um dadurch Stützen in der Art von Brückenpfeilern zu bilden. Die untere Si-Schicht 34 ist am unteren Ende durch eine untere SiO<sub>2</sub>-Schicht 35 begrenzt.

[0042] Auf der oberen SiO<sub>2</sub>-Schicht **31** ist das mäanderförmige Heizelement **14** angeordnet, das zur unabhängigen Beheizung des Filterelements dient. Das Heizelement 14 steht dabei in direktem Kontakt zum SOI-Wafer bzw. zur obersten Schicht 31 des Wafers.

[0043] Das Filterelement hat eine Vielzahl von durchgehenden Löchern 36, die sich senkrecht durch den zentralen Bereich des Filterelements erstrecken. Am unteren Ende der durchgehenden Löcher 36 befindet sich eine Filterschicht 37, die im zentralen Bereich des Filterelements unterhalb der mittleren SiO<sub>2</sub>-Schicht 32 zwischen den beiden Brückenpfeilern angeordnet ist. Durch die brückenartige, dünne, membranartige Struktur des Filterelements werden besonders kurze Ansprechzeiten bei der Temperaturmodulation des Filters 13 mit dem Heizelement 14 bewirkt.

[0044] Die Herstellung des mikromechanischen Filters 13 in SOI-Technologie erfolgt folgendermaßen: Zunächst wird als Ausgangsmaterial ein SOI-Wafer bzw. Silicon On Insulator Wafer bereitgestellt. Anschließend erfolgt auf dessen Vorder- und Rückseite eine Passivierung in Form von SiO2-Schichten durch thermische Oxidation. Nun wird auf der Vorderseite ein Heizmäander aufgebracht, beispielsweise durch Pt mit einem Haftvermittler TaSi. Anschließend erfolgt auf der Rückseite des SOI-Wafers eine Strukturierung der Passivierung und das Öffnen. Nun wird von der Rückseite her das Silizium nasschemisch geätzt, wobei die Ätzung auf dem vergrabenen SOI-Oxid bzw. der mittleren SiO2-Schicht 32 stoppt. Anstelle der nasschemischen Ätzung ist auch ein trockenchemisches Verfahren möglich.

[0045] In einem nächsten Schritt wird von der Vorderseite her eine Ätzung durchgeführt um somit eine perforierte Si-Membran zu schaffen. Dabei werden die durchgehenden Löcher 36 ausgebildet, die die Perforation bilden um einen Gasdurchlass zu ermöglichen. Anschließend wird die Filterschicht 37 in der auf der Rückseite des SOI-Wafers ausgebildeten Grube aufgebracht. Selbstverständlich kann die Filterschicht 37 auch auf der Vorderseite aufgebracht werden. Die Filterschicht 37 besteht beispielsweise aus SnO<sub>2</sub> oder anderen Metalloxiden und wird vorteilhafterweise mit einem Dispenser aufgebracht.

[0046] Fig. 3 zeigt schematisch eine Draufsicht auf einen Gassensor 12 mit einer Anordnung von drei Sensorelementen 41 und Fig. 4 zeigt vergößert ein einzelnes Sensorelement 41. Der Gassensor 12 kann ein oder mehrere Sensorelemente 41 umfassen. Aus der in Fig. 1 dargestellten Schnittansicht ist zu erkennen, dass der Gassensor 12 im Wesentlichen schichtartig als SOI-Wafer aufgebaut ist und eine brückenartige Ausgestaltung ähnlich wie beim Filter 13 aufweist. Auf der dünnen Membran im zentralen Bereich des Gassensors 12 bzw. des Sensorelements 41 befindet sich die gassensitive Schicht 12a, die durch ein Metalloxid bzw. SnO<sub>2</sub> gebildet wird. Der Gassensor 12 umfasst einen Rahmen 42, in dem die Sensorelemente 41 aufgehängt sind. Das Sensorelement 41 hat, wie in Fig. 4 gezeigt, einen Pt-Heizmäander 12 zur Beheizung der gassensitiven Schicht

12a während des Messbetriebs. Pt-Elektroden 43 dienen zur Bestimmung des elektrischen Widerstands der sensitiven Schicht 12a.

[0047] Bei der Gasmessung bzw. Gasanalyse durchströmt das zu analysierende Gas das Gehäuse 11 und dabei zunächst den Filter 13, bevor es zum Gassensor 12 gelangt bzw. diesen durchströmt. Die Arbeitstemperaturen sowohl des Filters 13 als auch des Gassensors 12 werden unabhängig voneinander moduliert. Bei der Auswertung der Signale erfolgt eine Frequenzanalyse bzw. eine FFT-Bearbeitung der Signale. Durch Vergleich der Sensorsignale mit vorherbestimmten Eichkurven oder auch durch Modellrechnungen lassen sich je nach Anwendungsfall verschiedenartige Gase bzw. Gaskonzentrationen bestimmen. Bei dem beispielhaften Verfahren wird mittels der Mikropumpe 18 eine periodische Gasströmung erzeugt, wobei die Geschwindigkeit der Gasströmung mit dem Flusssensor 24 gemessen wird. Dabei erfolgt die Auswertung der Signalanteile entder Pumpfrequenz über sprechend Lock-in-Verstärker. Bei der Messung wird der Filter 13 periodisch beheizt.

[0048] Um während der Messung einen Selbsttest durchzuführen wird vor oder bei dem Filter 13 zeitweise Ozon erzeugt bzw. zugeführt. Nun wird ein Sensorsignal bei einer Temperatur des Filters 13, bei der Ozon in Sauerstoff umgewandelt wird, verglichen mit einem Sensorsignal bei einer Temperatur des Filters 13, bei der keine Umwandlung von Ozon in Sauerstoff stattfindet. Dadurch kann die Funktionsfähigkeit des Gassensors getestet werden.

[0049] Weiterhin kann bei dem Verfahren z.B. Kohlenwasserstoff bekannter Konzentration dem zu analysierenden Gas zugegeben werden um auf diese Weise eine Eichung durchzuführen. Durch diese Maßnahme wird eine Langzeitdrift des Sensors kompensiert und zusätzlich eine Vergiftung bzw. Oberflächenbelegung mit NO<sub>2</sub> rückgängig gemacht.

[0050] Durch die Erfindung wird ein selbsttestfähiges, driftkompensiertes Mikrogasanalysesystem geschaffen, mit dem Gasgemische analysiert werden können, wobei das System miniaturisiert ist und einen geringen Leistungsverbrauch hat. Durch Fertigung in COTS-Technologie (Components Of The Shelf) ist insbesondere auch ein modularer Aufbau möglich.

[0051] Die Herstellung eines Dünnschichtgassensors in SOI-Technologie erfolgt im Wesentlichen wie beim mikromechanischen Filter 13, wobei jedoch eine gassensitive Schicht, beispielsweise SnO<sub>2</sub> aufgebracht wird, und Kontaktelektroden 43, beispielsweise Pt-Elektroden vorgesehen werden, um bei der Messung den Widerstand der gassensitiven Schicht 12a zu messen.

[0052] Durch eine Array-Anordnung, wie sie in Fig. 3 gezeigt ist, ergibt sich eine Selektivitätssteigerung. Hierzu können zusätzliche Dickschichten z.B. mit einem Dispenser aufgebracht werden und MOS-Kapazitäten in die ausgebildeten Hotplates in-

tegriert werden.

#### Patentansprüche

- 1. Mikrogasanalysesystem (10), mit einem Gassensor (12) zur Detektion eines Gases oder Gasgemisches, einem Filter (13), der dem Gassensor (12) in Strömungsrichtung vorgeschaltet und von diesem räumlich getrennt angeordnet ist, und einem ersten Heizelement (14) zur Heizung des Filters (13), gekennzeichnet durch ein zweites Heizelement (12c) zur Heizung des Gassensors (12), und eine Steuereinrichtung, die an das erste (14) und an das zweite Heizelement (12c) gekoppelt ist, zur unabhängigen Temperaturmodulation sowohl des Filters (13) als auch des Gassensors (12).
- 2. Mikrogasanalysesystem nach Anspruch 1, gekennzeichnet durch eine Pumpe (18) zum Antrieb einer Gasströmung, und einen Flusssensor (24) zur Messung der Strömungsgeschwindigkeit des Gases.
- 3. Mikrogasanalysesystem nach Anspruch 1 oder 2, gekennzeichnet durch einen Ozongenerator (19), der dem Filter (13) in Strömungsrichtung vorgeschaltet ist.
- 4. Mikrogasanalysesystem nach einem der vorhergehenden Ansprüche, gekennzeichnet durch ein Gehäuse (11) mit einer Einlassöffnung (15) und einer Auslassöffnung (17), wobei der Filter (13) und der Gassensor (12) derart in dem Gehäuse (11) angeordnet sind, dass das zu analysierende Gas zunächst den Filter (13) durchströmt und anschließend den Gassensor (12) erreicht.
- 5. Mikrogasanalysesystem nach einem der vorhergehenden Ansprüche 2 bis 4, gekennzeichnet durch eine an die Pumpe (18) gekoppelte Steuereinrichtung zum periodischen Antrieb der Gasströmung, und einen Lock-in-Verstärker, der zur Auswertung des Sensorsignals an die Pumpfrequenz gekoppelt ist.
- 6. Mikrogasanalysesystem nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der Filter (13) periodisch beheizbar ist oder beheizt wird.
- 7. Mikrogasanalysesystem nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass eine Einrichtung (23) zur Zugabe eines bekannten Gases bekannter Konzentration an das Mikrogasanalysesystem angeschlossen ist.
- 8. Verfahren zur Gasanalyse, bei dem ein zu analysierendes Gas einen beheizten Filter (13) durchströmt und anschließend mit einem Gassensor (12)

detektiert wird, dadurch gekennzeichnet, dass die Arbeitstemperaturen sowohl des Filters (13) als auch des Gassensors (12) unabhängig voneinander moduliert werden.

- Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass mittels einer Pumpe (18) eine periodische Gasströmung erzeugt wird und die Geschwindigkeit der Gasströmung gemessen wird.
- 10. Verfahren nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, dass Signalanteile entsprechend der Pumpfrequenz ausgewertet werden.
- 11. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass zur Auswertung ein Lock-in-Verstärker verwendet wird.
- 12. Verfahren nach einem der Ansprüche 8 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass in Strömungsrichtung vor dem Filter (13) zumindest zeitweise Ozon erzeugt und/oder zugeführt wird und ein Sensorsignal bei einer Temperatur des Filters (13), bei der Ozon in Sauerstoff umgewandelt wird, verglichen wird mit einem Sensorsignal bei einer Temperatur des Filters (13), bei der keine Umwandlung von Ozon in Sauerstoff stattfindet.
- 13. Verfahren nach einem der Ansprüche 8 bis 12, dadurch gekennzeichnet, dass der Filter (13) periodisch beheizt wird und das Sensorsignal über einen Lock-in-Verstärker ausgewertet wird.
- 14. Verfahren nach einem der Ansprüche 8 bis 13, dadurch gekennzeichnet, dass zeitweise Kohlenwasserstoffe bekannter Konzentration dem zu analysierenden Gas zugegeben werden.

Es folgen 3 Blatt Zeichnungen

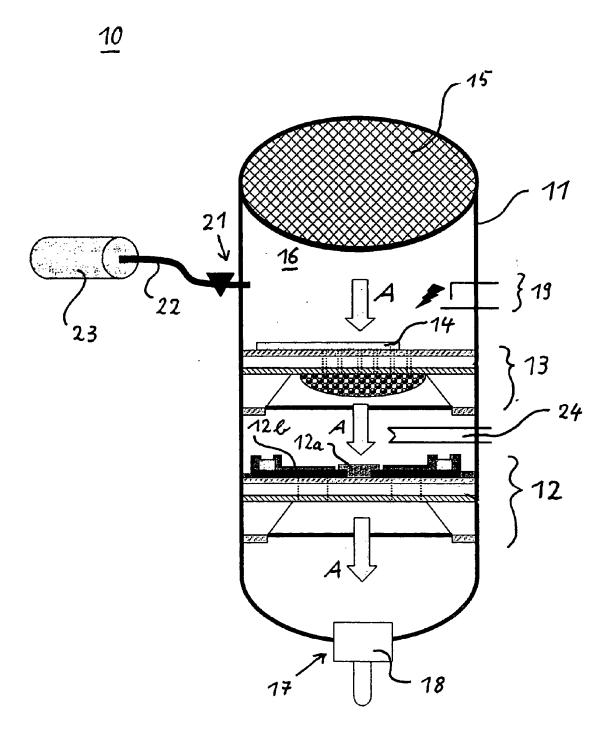
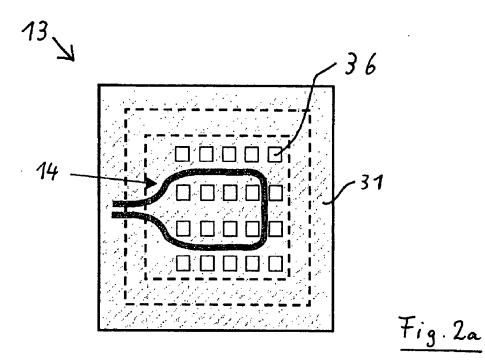
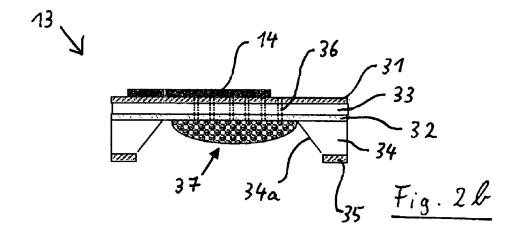


Fig. 1

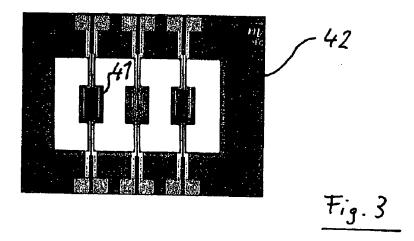
:: ;





<u>12</u>

::::::



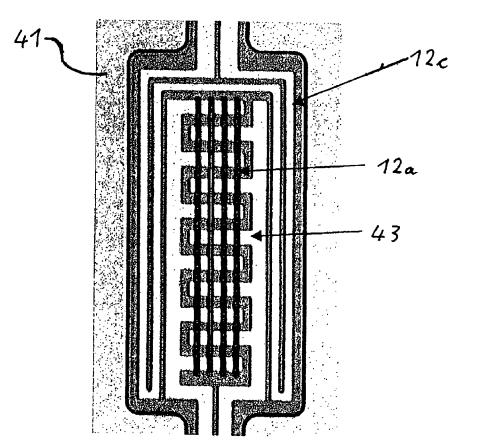


Fig. 4

# This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

## BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☐ BLACK BORDERS
☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
☐ FADED TEXT OR DRAWING
☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING

ш	LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT	
	REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY	

# IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS

☐ SKEWED/SLANTED IMAGES

☐ GRAY SCALE DOCUMENTS

OTHER:

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.